



63CO

PATENT
2185-0578P

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: ONO, Yoshinobu et al. Conf.: 3053
Appl. No.: 09/977,375 Group: Unassigned
Filed: October 16, 2001 Examiner: Unassigned
For: 3-5 GROUP COMPOUND SEMICONDUCTOR AND
LIGHT-EMITTING ELEMENT

L E T T E R

Assistant Commissioner for Patents
Washington, DC 20231

January 10, 2002

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
JAPAN	2000-317270	October 18, 2000
JAPAN	2000-332637	October 31, 2000

A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 02-2448 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

BIRCH, STEWART, KOLASCH & BIRCH, LLP

By

Andrew D. Meikle, #32,868ADM:bmp
2185-0578PP.O. Box 747
Falls Church, VA 22040-0747
(703) 205-8000

Attachment



Biren, Stewart, Lotwick, Birch, LLP
703/205-8000
Docket: 2185-0578 P
SN: 09/977,375
Filed: 10-16-2001
Inventor: ONO et al.

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年10月31日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-332637

出 願 人

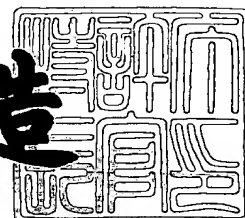
Applicant(s):

住友化学工業株式会社

2001年10月26日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3093300

【書類名】 特許願

【整理番号】 P152144

【提出日】 平成12年10月31日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01L 21/00

【発明者】

 【住所又は居所】 茨城県つくば市北原 6 住友化学工業株式会社内

 【氏名】 小野 善伸

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 5 の 1 住友化学工業株式会社内

 【氏名】 谷 猛

【特許出願人】

 【識別番号】 000002093

 【氏名又は名称】 住友化学工業株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100093285

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 久保山 隆

 【電話番号】 06-6220-3405

【選任した代理人】

 【識別番号】 100094477

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 神野 直美

 【電話番号】 06-6220-3405

【選任した代理人】

 【識別番号】 100113000

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 中山 亨

 【電話番号】 06-6220-3405

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010238

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9903380

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 転位密度の測定方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

エピタキシャル結晶にその結晶組成に対応した波長より短い波長のレーザー光を照射し、得られたフォトルミネッセンス光のピーク強度の面内分布を測定し、強度の特に弱い領域（ダークスポットまたはダークライン）の数（ n ）と、測定領域面積（ $S \text{ cm}^2$ ）から下式（I）

$$N = n / S \quad (\text{I})$$

により転位密度（ $N \text{ cm}^{-2}$ ）を算出することを特徴とするエピタキシャル結晶中の転位密度の測定方法。

【請求項 2】

エピタキシャル結晶が複数の層からなり、それぞれの層ごとに転位密度を算出することを特徴とする請求項 1 記載の転位密度の測定方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、エピタキシャル結晶中の転位密度の測定方法に関する。GaAs、InP、Si、サファイア、SiC、GaN等の基板上にエピタキシャル成長した化合物半導体結晶中に存在するの結晶欠陥の一つである転位の密度を測定する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

半導体結晶を加工して得られるデバイスの特性は、結晶中に含まれる転位によって大きく影響を受けることが知られている。例えば、発光デバイスでは光出力の劣化と転位とが密接に関係し、また電子デバイスでは、逆方向耐圧、リーク電流、信頼性等の特性と転位とは密接に関係していることが知られている。

結晶中の転位密度を、デバイス特性に影響出ないレベルまで減らすことは、非常に重要な結晶成長技術上の課題である。

【 0 0 0 3 】

しかしながら、結晶中の転位を測定するのは容易ではなく、これまでいくつかの方法が知られているが、以下のような問題点があった。

透過型電子顕微鏡（TEM）観察法は、転位を直接観察でき、転位のキャラクタリゼーションまで可能な有用な測定方法であるが、観察可能な範囲が狭い、破壊検査である、観察試料作製に熟練と時間を要す、転位密度の小さな試料の観察が困難である等の問題点があった。

【 0 0 0 4 】

X線トポグラフ法も転位を直接観察でき、転位のキャラクタリゼーションまで可能な有用な測定方法であるが、測定に熟練を要する、測定に時間がかかる、転位密度が比較的高い場合には適用が困難である等の問題があった。

【 0 0 0 5 】

エッチピット計数法は、結晶表面に達した転位の末端部の位置に特殊な薬液（エッチャント）を利用してエッチピットを形成させ、その数を計数することにより転位密度を測定する方法であるが、エピタキシャル結晶組成に応じてエッチャントの調整が必要であるため、その条件の探索に手間がかかる、結晶が化学的に安定な場合には有効なエッチャントが無いので適用できない、転位密度が比較的高い場合には適用が困難である、破壊検査である等の問題があった。

【 0 0 0 6 】

カソードルミネッセンス（CL）法は、電子線照射により発生するルミネッセンス光の強度が転位の周辺で弱くなることを利用し、ルミネッセンス強度のマッピングから強度の弱い領域（ダークスポットまたはダークライン）の数を計数することにより転位密度を測定方法であるが、走査型電子顕微鏡の中に試料を入れるため通常は試料分割する必要がある破壊検査となる、狭い範囲しか観測できない、転位密度が比較的低い場合には適用が困難である等の問題があった。

【 0 0 0 7 】

このように、従来知られている方法では、1つの方法で転位密度の高い領域から低い領域までをカバーすることが出来ない、簡便に非破壊で測定することができないといった問題点があり、これらの問題点を克服することが望まれていた。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は以上のような問題点に鑑みなされたものである。すなわち本発明の目的はエピタキシャル結晶中の転位密度の測定を、高い密度から低い密度までカバーでき、非破壊で迅速かつ簡便に行う方法を提供することである。

【0009】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、エピタキシャル結晶中の転位密度の測定方法に関して、種々検討を重ねた結果、フォトルミネッセンス法を採用することにより、転位密度の測定が、高い密度から低い密度までカバーでき、しかも非破壊で迅速かつ簡便に行えることを見出し、本発明に至った。

【0010】

すなわち、本発明は、エピタキシャル結晶にその結晶組成に対応した波長よりも短い波長のレーザー光を照射し、得られたフォトルミネッセンス光のピーク強度の面内分布を測定し、強度の特に弱い領域（ダークスポットまたはダークライン）の数（ n ）と、測定領域面積（ $S \text{ cm}^2$ ）から下式（I）

$$N = n / S \quad (I)$$

により転位密度（ $N \text{ cm}^{-2}$ ）を算出することを特徴とするエピタキシャル結晶中の転位密度の実用的な測定方法を提供するものである。

【0011】

【発明の実施の形態】

次に、本発明を詳細に説明する。

本発明発明の転位密度の測定は、フォトルミネッセンス（以下PLと略記する）において転位の存在する領域ではPL強度が特に弱くなることを利用する。すなわち、転位線が表面に垂直な場合には、PL強度が弱くなる領域は暗点（ダークスポット）となって識別でき、一方、転位線が表面と平行な場合には、PL強度が弱くなる領域は線状（ダークライン）になり、転位線と表面が角度 α （ $0 < \alpha < 90^\circ$ ）をなす場合や、表面に平行な転位が折れ曲がり表面に垂直または斜めになった場合にはPL強度が弱くなる領域は線分状（ダークライン）になり、そ

れぞれ識別できる。

【0012】

例えば、転位線が表面と角度 α ($0 < \alpha \leq 90^\circ$) となる転位は、基板の中に存在する転位をエピタキシャル層が引き継いだものである場合が多い。基板中の転位密度が多いほど、エピタキシャル結晶中の転位密度が増えダークスポット密度が増える。

【0013】

また、転位線が表面と平行になる転位は、エピタキシャル成長においてはミスフィット転位と呼ばれる転位である場合が多い。これは積層する層の格子定数の違いによる格子歪みが原因で発生する。格子定数の違いが大きいほどミスフィット転位が増えダークラインの密度が増える。

本発明においては、PL強度マッピングデータから、これらのダークスポットの数やダークラインの数を計数することにより転位密度を求めるものである。

【0014】

本発明のPLマッピングによる転位密度の測定方法は光学的な検出方法であり、ウェハを非破壊で検査できるため、簡便で迅速な評価が可能である。また試料ステージを動かすことにより測定領域、測定場所を自由に変えることが出来る。

【0015】

またPLマッピングによる転位密度の測定方法ではモニタ波長を調整することにより幅広い結晶組成に応じて測定可能である。PL強度をモニタする波長は、通常はPL光のメインピーク波長にあわせる。積層構造からなるエピタキシャル結晶において複数の層から異なる波長の複数のPLピークが出る場合には、それぞれの波長のマッピングをとることにより、異なる層の転位密度をそれぞれ得ることが出来、転位密度の変化に関する知見を得ることも可能である。

【0016】

ここで、PLマッピングで励起光として使用するレーザーの波長は、結晶のバンドギャップエネルギーよりも大きなフォトンエネルギーを有するレーザーを用いればよく、この条件を満たすレーザーであれば使用可能である。例えばGaAs、AlGaAs、InGaAs等に対しては、Arレーザー、YAGの2倍高

調波等レーザーを用いることができる。また GaN、InGaN 等の窒化物半導体に対しては、HeCd レーザー等を好適に用いることができる。

【0017】

ダークスポット、ダークライン等すなわち PL で検出できる転位の大きさ・太さに合わせて、PL マッピング測定条件、特にレーザースポットサイズ、測定点間隔、測定領域面積を設定することが重要である。ダークスポットの大きさは、結晶に固有のフォトキャリアの拡散長の大きさと同オーダーの大きさになる。

【0018】

レーザースポットサイズはダークスポットの大きさすなわちフォトキャリア拡散長とほぼ同程度の大きさにすることが望ましい。レーザースポットサイズをキャリア拡散長より小さくしてもレーザー照射によって生じるキャリアが拡散長程度に拡散してしまうため空間分解能は向上しない。またレーザースポットサイズを大きくしすぎると空間分解能が低下し、PL 信号強度が弱くなるのでノイズが増え好ましくない。

ダークスポットの大きさを d (μm)、レーザースポット直径を D (μm) とすると、好ましいレーザースポット径は、 $0.1d < D < 30d$ 程度である。GaAs、AlGaAs 系の半導体結晶の場合、レーザースポット径は $1\mu\text{m} \sim 100\mu\text{m}$ 程度、GaN、InGaN 系の半導体の場合には、 $0.3\mu\text{m} \sim$ 数 μm 程度が適当である。

【0019】

測定点間隔は、レーザースポット径と同オーダーまたはレーザースポット径以下の大きさにすることが望ましい。レーザースポット径よりも大きな測定点間隔の場合は、全面を測定することにならないため適当でない。レーザースポット径よりも小さな測定点間隔の場合には、より細かな強度分布を見ることができるが、測定に長時間を要することになるので、極端に小さな測定点間隔は好ましくない。好ましい測定点間隔 L は、 $0.01D < L < D$ 程度である。

【0020】

ダークスポットの計数は、マッピングデータから直接数える方法、画像解析により数を求める方法等があり、いずれを採用しても良い。

【 0 0 2 1 】

測定領域面積は、試料の転位密度すなわちダークスポット、ダークライン等の密度に応じて適当な大きさに決める。ダークスポットに関しては、1個～1000個程度であることが好ましく、ダークラインは1本～100本程度であることが好ましい。これより多くても少なくとも計数精度に問題が生じる場合がある。従って、測定領域面積は計数値がこの程度の数値となるように設定するのが適当である。PLマッピング測定領域面積を $S(\text{cm}^2)$ 、ダークスポットまたはダークラインの計数値を n （個または本）とすると、転位密度 $N(\text{cm}^{-2})$ は、式

$$N = n / S$$

から求めることができる。

【 0 0 2 2 】

【実施例】

以下、実施例により本発明を詳しく説明するが、本発明は、これらに限定されるものではない。

【 0 0 2 3 】

実施例 1

図 1 に示す構造の 3 - 5 族化合物半導体エピタキシャル積層膜を GaAs 基板 (100) 面上に、有機金属気相成長法により作製した。以下の超格子を成長した後 PL 測定用のダブルヘテロ構造からなる層を成長した。

超格子の繰り返し数は 10、2 つの層の組成は $\text{Al}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ と GaAs、それぞれの層の層厚は各 10 nm、超格子中の GaAs 層には Si をドーピングを行いドーピング濃度を $2 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$ とした。

【 0 0 2 4 】

エピタキシャル積層膜の転位密度を、YAG の 2 倍高調波レーザーを用いた PL マッピングにより測定した。すなわち PL 光のピーク波長である 760 nm をモニター波長として、レーザースポット径約 30 μm 、測定間隔 10 μm ステップで 2 x 2 mm の領域を走査し、ピーク強度のマッピングを行いその中に含まれるダークスポットの数から転位密度を求めた。測定場所はエピタキシャルウェハの中央部と周辺近くの 2 点とした。ダークスポットの数は平均 1.9 個であり、転位密度に

換算しては 47 個 cm^{-2} であった。

【0025】

実施例 2

図 2 に示す構造の 3-5 族化合物半導体エピタキシャル積層膜を GaAs 基板 (100) 面上に、有機金属気相成長法により作製した。GaAs 層 150 nm の上に、 $\text{Al}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ 50 nm と GaAs 50 nm からなる 5 対の超格子を成長し、その上に PL 測定用の $\text{In}_{0.22}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ 層 14 nm を電子走行層とする HEMT 構造を成長した。

【0026】

$\text{In}_{0.22}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ 層とこれをはさむ両側の $\text{Al}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ 層との間の格子不整合により、ミスフィット転位が存在しているかどうかを、YAG の 2 倍高調波レーザーを用いた PL マッピングにより測定した。すなわち $\text{In}_{0.22}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ の PL ピーク波長 1080 nm をモニタ波長として、レーザースポット径約 30 μm 、測定間隔 10 μm ステップで $2 \times 2 \text{ mm}$ の領域を走査しピーク強度のマッピングをおこなった。PL マッピングの結果、互いにほぼ直角方向にまじわる 2 方向のダークラインが存在し、1 方向は線状で他の方向は線分状であった。ダークスポットは認められなかった。このダークラインの数を計数したところ 26 本であり、ミスフィット転位の密度は 650 本 cm^{-2} であった。

【0027】

次に、 $\text{Al}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ /GaAs 超格子からの PL を調べるため、GaAs 層の PL ピーク波長 840 nm をモニタ波長とする強度マッピングをおこなった。その結果、 $\text{In}_{0.22}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ のマッピングとほぼ同じパターンと数のダークラインが存在することがわかった。

【0028】

実施例 3

In 組成を 0.22 のかわりに 0.2 としたことを除いては、実施例 2 と同じ条件で HEMT 構造を成長した。 $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ 層とこれをはさむ両側の $\text{Al}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ 層との間の格子不整合により、ミスフィット転位が存在しているかどうかを、YAG の 2 倍高調波レーザーを用いた PL マッピングにより測定した。すなわち $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ の PL ピーク波長 1050 nm をモニタ波長として、レーザースポット径約

30 μ 、測定間隔 10 μ m ステップで 2 x 2 mm の領域を走査しピーク強度のマッピングをおこなった。PL マッピングの結果、ダークラインは存在せず、ダークスポットのみが存在することがわかった。ダークスポットの数は 19 個であり、転位密度 475 個 cm^{-2} であった。

【 0 0 2 9 】

次に、 $\text{Al}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ /GaAs 超格子からの PL を調べるため、GaAs 層の PL ピーク波長 840 nm における強度マッピングをおこなった。その結果、 $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ のマッピングと同様にダークラインは存在せず、ダークスポットのみが存在することがわかった。ダークスポットの数は 103 個であり、転位密度は 2575 個 cm^{-2} であった。

【 0 0 3 0 】

【発明の効果】

本発明の転位密度の測定方法を用いれば、エピタキシャル結晶中の転位密度を、高い密度から低い密度にわたって、非破壊で迅速・簡便に測定することができるために、工業的価値がきわめて大きい。

【図面の簡単な説明】

【図 1】実施例 1 の試料構造を示す図

【図 2】実施例 2 の試料構造を示す図

【符号の説明】

- 1 . . . GaAs 基板
- 2 . . . バッファ層
- 21 . . . AlGaAs 層
- 22 . . . GaAs 層
- 3 . . . クラッド層 $\text{Al}_{0.4}\text{Ga}_{0.6}\text{As}$ 層
- 4 . . . 活性層 $\text{Al}_{0.15}\text{Ga}_{0.85}\text{As}$ 層
- 5 . . . クラッド層 $\text{Al}_{0.4}\text{Ga}_{0.6}\text{As}$ 層
- 6 . . . GaAs 層
- 7、13 . . . i-AlGaAs 層

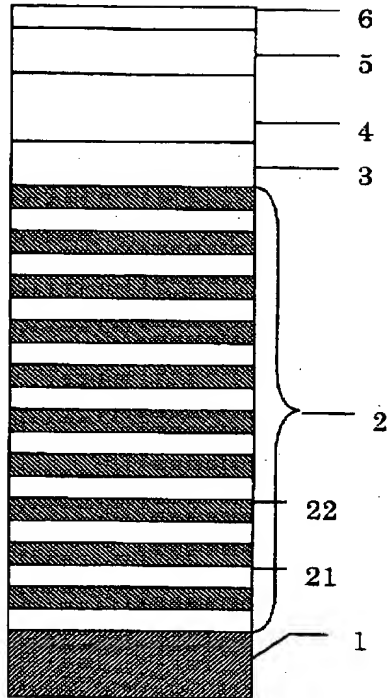
8、1 2 . . . n - AlGaAs層

9、1 1 . . . i - AlGaAs層

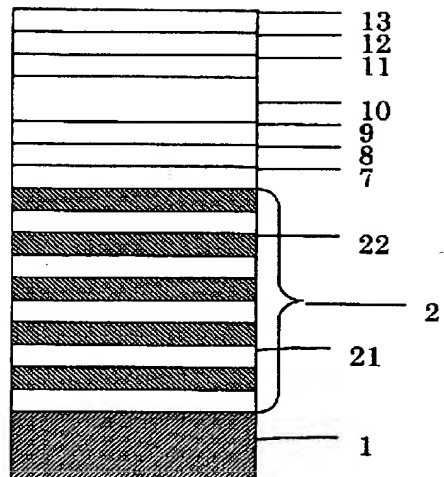
1 0 . . . i - InGaAs層

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 エピタキシャル結晶中の転位密度の測定を、高い密度から低い密度までカバーでき、非破壊で迅速かつ簡便に行う方法を提供する

【解決手段】

エピタキシャル結晶にその結晶組成に対応した波長よりも短い波長のレーザー光を照射し、得られたフォトルミネッセンス光のピーク強度の面内分布を測定し、強度の特に弱い領域（ダークスポットまたはダークライン）の数（ n ）と、測定領域面積（ $S \text{ cm}^2$ ）から下式（I）

$$N = n / S \quad (I)$$

により転位密度（ $N \text{ cm}^{-2}$ ）を算出することを特徴とするエピタキシャル結晶中の転位密度の測定方法。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002093]

1. 変更年月日 1990年 8月28日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号
氏 名 住友化学工業株式会社